

University of Groningen

## Accurate lattice parameters and the LPC method; a critical investigation of the Debye-Scherrer method

Boom, Geert

**IMPORTANT NOTE:** You are advised to consult the publisher's version (publisher's PDF) if you wish to cite from it. Please check the document version below.

*Document Version*

Publisher's PDF, also known as Version of record

*Publication date:*

1965

[Link to publication in University of Groningen/UMCG research database](#)

*Citation for published version (APA):*

Boom, G. (1965). Accurate lattice parameters and the LPC method; a critical investigation of the Debye-Scherrer method. Groningen: s.n.

### Copyright

Other than for strictly personal use, it is not permitted to download or to forward/distribute the text or part of it without the consent of the author(s) and/or copyright holder(s), unless the work is under an open content license (like Creative Commons).

### Take-down policy

If you believe that this document breaches copyright please contact us providing details, and we will remove access to the work immediately and investigate your claim.

Downloaded from the University of Groningen/UMCG research database (Pure): <http://www.rug.nl/research/portal>. For technical reasons the number of authors shown on this cover page is limited to 10 maximum.

## SAMENVATTING

Bij precisie-bepalingen van roosterconstanten d.m.v. röntgen-diffractie is het belangrijkste doel der experimenten het meten van de hoeken, waarover de röntgenstraling wordt afgebogen, met een hoge graad van reproduceerbaarheid. Bij *nauwkeurige*\* bepalingen dient men bovendien correcties aan te brengen voor eventueel aanwezige systematische fouten.

In dit proefschrift wordt de methode van lijnprofiel-vergelijking, genoemd de "Line Profile Comparing (LPC) method", geïntroduceerd. De methode dient voor het met hoge precisie meten van diffractie-hoeken onder gelijktijdige correctie voor systematische fouten. De methode bestaat uit het vergelijken van lijnprofielen verkregen door fotometreeren van de röntgenfilms, met theoretisch berekende profielen: De theoretische profielen worden hiertoe getekend op dezelfde schaal in de abscissen en ordinaten als de experimenteel bepaalde, beide figuren worden op elkaar gelegd en zo goed mogelijk door translatie tot dekking gebracht. Een verticaal, getrokken in het berekende profiel, duidt de LPC-positie van de beschouwde reflectie aan; dit is de positie van de reflectie wanneer gecorrigeerd is voor die invloeden, welke bij de berekening in aanmerking werden genomen.

De berekening van lijnprofielen - in een eerste benadering - wordt gegeven voor een cilindrisch praeparaat in een cilindrische Debye-Scherrer camera; de berekeningen werden slechts uitgevoerd in het aequatoriale vlak: dat is het vlak door het centrum van het röntgen-focus en de collimator-as, dat loodrecht staat op de camera-as.

De uiteindelijk gebruikte profielen werden berekend uit:

1. De werkelijke experimentele geometrie;
2. De effectieve lineaire absorptie-coëfficiënt van het praeparaat-poeder zoals dat, in een capillair ingesmolten, werd gebruikt;
3. De lineaire absorptie-coëfficiënt van het capillair;
4. Een benaderde golflengte distributie-functie van de  $K$  emissie-lijnen van koper, waarbij gebruik werd gemaakt van getabelleerde waarden voor de halfwaarde-breedten en asymmetrie-coëfficiënten;
5. De Lorentz-, de polarisatie- en de ruimtelijke spreidingsfactor;

---

\* Precisie heeft slechts betrekking op de reproduceerbaarheid (toevallige-fout grenzen), terwijl nauwkeurigheid betrouwbaarheid van de bepaalde waarde van de beschouwde parameter impliceert (systematische-fout grenzen).

6. De intensiteits-verdeling over het röntgen-focus zoals dat werd gemeten door fotometreren van een 'pin-hole' opname;
7. De afwijking in de justering van het praeparaat op de rotatie-as in de camera;
8. Een benadering voor de invloed van niet-lineaire registratie van de opvallende röntgen-intensiteiten door de fotografische film;
9. De intensiteits-verdeling over de fotometer-spleet.

De berekeningen werden uitgevoerd op een grote electronische rekenmachine (de Telefunken TR4 van de Groninger Universiteit), terwijl een automatische 'plotter' werd gebruikt voor het uitzetten van de berekende profielen; hierbij werden in rekening gebracht de - voor ieder individueel profiel - berekende waarden van de vergrotings-factoren in de  $x$ - en  $y$ -richting, zoals verkregen uit de film-metingen.

Bij de toepassing van de *LPC* methode op twee praeparaten, namelijk van een aluminium- en een wolframpoeder, bleken systematische afwijkingen van geometrische aard in de lijn-posities op te treden. De afwijkingen konden slechts worden verklaard door excentrische praeparaat-posities aan te nemen. Daar de fouten in de geometrie van de gebruikte camera kleiner waren dan de gevonden afwijkingen, moest wel worden aangenomen dat de film-aequator, tijdens de opname, niet overal goed tegen de film-cylinder in de camera aansloot. Een rekenmethode, welke uitgaat van de experimenteel gevonden afwijkingen, wordt beschreven. Hierbij wordt voor iedere film een waarde van de excentriciteits-vector gevonden, en worden de diffractie-hoeken gecorrigeerd.

De gemeten diffractie-hoeken werden gebruikt in berekeningen van de roosterconstante. Hierbij vond een verdere correctie voor excentriciteit plaats en werd gecorrigeerd voor refractie. De statistische methode van 'maximum likelihood' werd toegepast om te testen op afwezigheid - buiten de grenzen der toevallige fouten - van systematische fouten. Het bleek dat metingen, die waren gecorrigeerd voor excentriciteit en film-krimp, voldeden aan de 'likelihood ratio test'.

De hulpmiddelen, welke bij het onderzoek werden gebruikt, namelijk de apparatuur en de rekenmachine-programma's, worden in dit proefschrift besproken. De apparatuur, bestaande uit een cilindrische Debye-Scherrer camera met hulp-apparatuur en een fotometer-comparator, werd voor dit onderzoek ontworpen en geconstrueerd; de rekenmachine-programma's werden speciaal voor dit onderzoek geschreven.

## SUMMARY

In precision determination of lattice parameters by means of X-ray diffraction the main object of the experiments is to measure the angles over which the radiation is diffracted, to a high degree of reproducibility. In precise *and* accurate\* determinations, correction for any systematic errors is also necessary.

In this thesis the Line Profile Comparing (*LPC*) method of measuring and correcting diffraction angles is introduced. In the method, the line profiles obtained by photometric film-measurements are compared to those theoretically calculated. The theoretical profiles are drawn on the same scale of the abscissae and ordinates as the experimental ones and corresponding curves are superimposed and fitted to one another by parallel shifting. A vertical, drawn in each theoretical profile, indicates the *LPC*-position of the reflection concerned, *i.e.*, the position of the reflection freed from all errors which were taken into account in the line-profile calculations.

The calculation of the line profiles - to a first approximation - is described for a cylindrical specimen in a cylindrical Debye-Scherrer camera; the calculations were restricted to the equatorial plane, *i.e.*, the plane, through the centre of the X-ray focus and the collimator-axis, that is perpendicular to the camera axis.

Each ultimate profile was calculated from:

1. The actual experimental geometry;
2. The effective linear absorption coefficient of the capillary-mounted specimen powder;
3. The linear absorption coefficient of the capillary;
4. An approximated wavelength distribution-function of the copper *K* emission-lines, using tabulated values of the halfwidths and asymmetry coefficients;
5. The Lorentz-, polarization- and spatial spreading factors;
6. The focus-emissivity curve as obtained by photometric measurement of a pin-hole photograph;

---

\* Precision is merely related to the reproducibility (random-error limits), whereas accuracy implies reliability of the absolute value of the parameter determined (systematic-error limits).

7. The amount of maladjustment of the specimen on the axis of rotation inside the camera;
8. An approximation of the influence of the non-linear response of the photographic film to incident X-ray energies;
9. The intensity distribution across the photometer slit.

The calculations were performed on a large electronic computer (the Telefunken TR4 of the University of Groningen) and an automatic plotter was used for plotting the calculated profiles with magnification factors obtained - for every individual measured profile - from the actual film measurements.

In the application of the *LPC* method to two specimens, *viz*, one of aluminium and another of tungsten, systematic geometrical deviations of line positions were found which could only be explained when eccentric specimen positions were assumed. As the geometrical aberrations in the camera were less than the effective specimen eccentricities, the deviations found probably indicated a poor contact of the film-equator and the film-cylinder of the camera. A computational method is described which finds the effective eccentricity vector associated with a particular film and corrects the diffraction angles accordingly.

The sets of measured diffraction angles were used in lattice parameter calculations in which further eccentricity corrections and a refraction correction were applied. The statistical method of 'maximum likelihood' was applied to check for the absence of systematic errors outside of the random-error limits. Measurements corrected for eccentricity and film-shrinkage were found to satisfy the 'likelihood ratio test'.

The tools used in the investigation, *viz*, the apparatus and the computer programs, are described in this thesis. The apparatus was specially designed and constructed for the purpose and consisted of a cylindrical Debye-Scherrer camera with accessories and a photometer-comparator. The computer programs were specially written for this investigation.